

This Page Is Inserted by IFW Operations
and is not a part of the Official Record

BEST AVAILABLE IMAGES

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images may include (but are not limited to):

- BLACK BORDERS
- TEXT CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES
- FADED TEXT
- ILLEGIBLE TEXT
- SKEWED/SLANTED IMAGES
- COLORED PHOTOS
- BLACK OR VERY BLACK AND WHITE DARK PHOTOS
- GRAY SCALE DOCUMENTS

IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.

**As rescanning documents *will not* correct images,
please do not report the images to the
Image Problem Mailbox.**

Abstract of Japanese patent laid-open publication No. Sho 48-64222

This invention relates to new naphthalate polyester fibers which comprise naphthalate polyester which contains more than 95mol% of ethylene-2,6-naphthalate units and has a limit viscosity of 0.45~10.



① 日本国特許庁
公開特許公報

特 許 願 (3)

昭和46年2月15日

特許庁長官殿

1. 発明の名称

ナイロンセリ センイ
耐熱性ポリエステル繊維

2. 発明者

ナイロンセリ
山田 孝雄 山田 孝雄 山田 孝雄 山田 孝雄 山田 孝雄
(ほか2名)

3. 発明出願人

大阪市北区新堀1番地
(990) 法人株式会社
代表者 大 塚 洋 子

4. 代 理 人

東京都千代田区千代田1丁目1番1号
(阪 野 ビル)
代 理 人 株式会社
(6572) 代理店 簡 弘 範
昭和46年(1971) 4 月 15 日

方式表 ①

5. 発明書の内容

(1) 明 細 書 1 通
(2) 図 面 1 通
(3) 表 紙 1 通
46 100654



明 細 書

1. 発明の名称

耐熱性ポリエステル繊維

2. 特許請求の範囲

ニフタレン-2,6-ナフタレート単位を95モル以上含む且つ融点温度が240℃～260℃であるナフタレートポリエステルからなり、X線回折におけるブラッグ反射角2θ・18°と2θ・15°との相対強度比(R)が1.75を越える0.02mmを越えない範囲内にあり且つ融点が275℃以上であることを特徴とする耐熱性ポリエステル繊維。

3. 発明の詳細な説明

本発明は耐熱性耐熱性ポリエステル繊維に関する。更に詳しくは特定のナフタレートポリエステルからなる新規な耐熱性繊維を有する耐熱性ポリエステル繊維に関する。

ニフタレン-2,6-ナフタレート単位を主たる再

①特開昭 48-64222

②公開日 昭48.(1973) 9. 1

③特願昭 46-100854

④出願日 昭46.(1971) 12. 1

審査請求 未請求

庁内整理番号

⑤日本分類

6358 47

42 D12

は、ポリエチレンテラフタレート繊維の機械的強度及び熱的性質においてすぐれたため、ゴム繊維材、電気絶縁材等の繊維として注目されている。

しかしながら、従来のナフタレートニフタレン繊維は250℃付近で機械的強度が低下するため、250℃付近又はそれ以上の温度に使用に適さない。

本発明者は、他国での使用に耐えるニフタレン繊維について研究を重ねた結果、ニフタレン-2,6-ナフタレート単位を95モル以上含む且つ融点温度が特定の範囲内にあり、かつ融点温度が240℃～260℃と高く、かつ融点温度が275℃以上であることを見出し、本発明に到達した。

即ち、本発明の新規な耐熱性ポリエ

モル以上含有し且つ屈折率が $1.45 \sim 1.50$ であるナフタレートポリエステルから取り、X線回折におけるブラグ反射角 $2\theta = 18^\circ$ と $2\theta = 15^\circ$ との相対回折強度比が 1.73 を超え 5.00 を超えない範囲内にあり且つ融点が 275°C 以上であることを特徴とするものである。

本発明の組成を構成する重合体は、ポリエチレン-2,6-ナフタレート又は5モル以下第3成分を含む共重合ポリエチレン-2,6-ナフタレートである。一般にポリエチレン-2,6-ナフタレートはナフタレン-2,6-ジカルボン酸又はその酸酐的誘導体とエチレングリコール又はその酸酐的誘導体とを、酸媒の存在下で適当な反応条件の下に結合せしめることによつて合成される。この場合、ポリエチレン-2,6-ナフタレートの重合完結時に適当な1種又は2種以上の第3成分を加加すれば共重合又は混合ポリエステルが合成されるが、適当な第3成分としては(例)2種のエステル形成官能基を有する

- 3 -

ーヒドロキシエトキシフエニル)プロパン、ポリアルキレングリコール、ア-フェニレンビス(ジメチルシクロヘキサン)などのオキシ化合物、或はその酸酐的誘導体；酸酐カルボン酸類、オキシカルボン酸類、オキシ化合物類又はその酸酐的誘導体から調得せられる共重合体化合物などや、附1個のエステル形成官能基を有する化合物、例えば安息香酸、ベンゾイル安息香酸、ベンジルオキシ安息香酸、メトキシポリアルキレングリコールなど、(例)5個以上のエステル形成官能基を有する化合物、例えばグリセリン、ペンタエリスリトール、トリメチロールプロパンなども実質的に無状である程度に使用せられる化合物としてあげられる。又、前記ポリエステル中に二酸化チタンなどの難燃剤やリン酸、亜リン酸及びそれらのエステルなどの安定剤が含まれてもよいことはいふまでもない。但し、これらの第3成分の共重合比率は5モル以下とすべきであり、共重合比率がこれより多いと

特許 448-
化合物；例えば、シロリ酸、コハク酸、セバシン酸、ダイマー酸などのカルボン酸；シクロプロパンジカルボキシプロパンジカルボン酸、ヘキサヒドラル酸などの脂肪族ジカルボン酸；フイソアラル酸、ナフタレン-2,7-ジ酸、ジフェニルジカルボン酸などの芳香カルボン酸；ジフェニルエーテルジカルボキシジフェニルエーテルジカルボン酸、ジシエタンジカルボン酸、3,5-ジカルボキシフェニルナトリウムなどのカルボキシ酸、ア-オキシエトキシなどのオキシカルボン酸；プロピレノール、トリメチレングリコール、ジエトコール、テトラメチレングリコール、チレングリコール、ネオペンタレンジア-オキシレングリコール、1,4-シクロジメチルノール、ビスフェノールA、ジフェノキシスルホン4-ビス(オキシエトキシ)ベンゼン、2,2-ビス

- 4 -

メチル、弾性回復性の性質を相対する場合が多く実用的ではない。

本発明の組成は前記ナフタレートカルのうち、屈折率 n_D が $1.45 \sim 1.50$ により構成される。本明細書に言うものはポリマーをフェノールとオルトジクロロベンゼンとの混合溶媒(混合比6:4)に 5°C で測定した粘度から求めた固有粘度 $[\eta]$ が 1.0 を超えると溶解粘度 $[\eta]$ が高くなつて溶解性が悪化となり、(未発明では目的とする高融点を有し、強度が得られないので不適当である。

本発明の組成の最大の特徴は新規性を有することにある。この組成は特性による溶媒方向の回折強度分布はブラグ反射角 $2\theta = 18^\circ$ における強度と、 $2\theta = 15^\circ$ における強度の相対強度比(R)が 1.73 を超え 5.00 の範囲内にあるとよによつて特徴づけ

特開 第48-54222(3)

X線回折法による赤道方向の回折強度分布曲線を示すグラフである。(測定条件は、電圧電流55kV・15mA、試料厚20mm、ニッケルフィルター使用、ダイバージェンスリフト0.15mm、スキャタリングスリット1、レシービングスリフト0.44mm、 $\lambda = 0.1542$ nmとした)

図中の曲線(1)は本発明の繊維は回折強度分布曲線を示し、曲線(2)は従来のナフタレートポリエステル繊維の回折強度分布曲線を示し、曲線(3)は非晶による回折分布曲線を示す。

本発明に於て「ブラグ反射角 $2\theta = 18.7^\circ$ と $2\theta = 15.6^\circ$ との相対回折強度比 $I_{18.7}/I_{15.6}$ は、次式によつて算出される値である。

$$I_{18.7}/I_{15.6} = \frac{I_{18.7} - I_{15.6}}{I_{15.6} - I_{15.6}}$$

但し、 $I_{18.7}$ 及び $I_{15.6}$ はそれぞれ繊維のX線回折強度分布曲線におけるブラグ反射角 $2\theta = 18.7^\circ$ 及び $2\theta = 15.6^\circ$ での回折強度(曲線のピークの高さ)、 $I_{15.6}$ 及び

- 7 -

$I_{15.6}$ はそれぞれ非晶による回折分布曲線におけるブラグ反射角 $2\theta = 18.7^\circ$ 及び $2\theta = 15.6^\circ$ での回折強度を示す。

図面より明らかなように、従来のナフタレートポリエステル繊維(曲線2)はブラグ反射角 $2\theta = 18.7^\circ$ 、 24.7° 及び 24.8° に回折強度ピークを有し、これらはメグネシウムナフタレートの(010)(100)(110)面反射によるものである(参照はChemical Abstracts 1967 Vol. 2参照)。即ち繊維はブラグ反射角 $2\theta = 18.7^\circ$ のピークが高く $2\theta = 18.7^\circ$ にはほとんどピークがないため前述の相対回折強度比は約0.12となり極めて小さな値となる。

これに対し、本発明の繊維(曲線1)は $2\theta = 18.7^\circ$ に強固のピークがあり、かつこのピークが $2\theta = 15.6^\circ$ のピークに比較してかなり大きいため、相対回折強度比は約5.7となり、従来の繊維に比較して著しく大きい値を示す。

本発明の繊維は前述の如き新築の物品製造と相まつて、従来のナフタレートポリエステル繊維

- 8 -

よりも著しい伸びをもち、その伸びは少なくとも275%以上、破断は280%以上の伸びに存在する。

ここに言う「断点」とは、パーケンセルマー試験DSC-1型を用い、試料重0.5g、昇温速度10℃/分で測定した力-変曲線において、破断ピークが現われる温度を指す。

かかる本発明の新築繊維は、強度が0.3~0.8g/d、伸延25~10%と、従来のナフタレートポリエステル繊維よりも高強度であるにも拘らず弾性が大きいという利点を有する。

更に本発明の繊維は、乾熱280℃で60分間定温処理した後の強度減損率が75%以上であり、(従来の繊維は約40%程度である)、且つ伸度、ヤング率等も殆んど低下せず高弾性における機械的性質の低下が小さいという利点があり、加えて、耐光性、耐加水分解性、ヤング率等も良好である。

従つて、本発明の繊維は、耐熱性及び機械的性質の要求される分野、例えば耐熱性衣料、イ

- 9 -

ンタレータ製品、ゴムやプラスチック製の補強材、ドライヤーコンパス、高強度体用フィルム、電気絶縁材料等の分野に特に有用である。

前述の如き新築の物品製造と高い強度をもつナフタレートポリエステル繊維は、例えば前記ナフタレートポリエステルを特殊な条件で溶解精製し、高速度で引取ることにより製造することが出来る。即ち、初めに融し、紡糸孔として1孔当りの断面積が0.049~0.14mm²のものを使用し、且つ紡糸温度T₀をポリエステルの極限粘度[η]、紡糸孔1当りの断面積A(mm²)に於いて下記(1)式を同時に満足する範囲に設定し、 $28.6[\eta] + 301.4 \pm T \pm 35.7[\eta] + 279.5 \pm T \pm (75.8[\eta] - 88.6) \sqrt{A} + 53.16$ (1) 且つ、紡糸孔の温度(紡糸糸が完全に溶融化した状態での糸糸温度)を2000~12000℃/分好ましくは5000~10000℃/分とすることによつて、前述の如き新築の物品を製造することが出来る。

この方法によれば、耐熱性がすぐれ且つ繊維

- 10 -

-101-

の性質もすぐれた本発明の耐熱性がポリエチレン繊維が、紡糸工程のみで製造できるため、生産性が高く、経済的にも有利である。

以下、本発明の実施例を述べる。例中の繊維強度、相対回折強度比(R)、融点はそれぞれ測定法による値であり、繊維強度はヤング率は試料長20cm、引張り断面積100mm²の条件で測定した値である(なお、伸長に伴うデニールの減少は考慮していない)。

実施例1

繊維強度0.643のポリエチレン-2.6-ナフタレート系、孔径0.4mmの内層紡糸孔(断面積0.1256mm²)を用いる紡糸口金から、紡糸速度315で繊維を紡糸し、紡糸糸を24の引張速度で引取った。得られた繊維の特性を第1表に示す。

第 1 表

実験番号	引張り強度 g/100mm	相対回折強度比 R/40	繊維断面積 mm ²	ヤング率 g/mm ²	伸長率 %	R値	融点 ℃
1	1000	2.03	173	500	25.0	0.058	2670
2	3060	5.64	255	1580	2.0	4.56	2814
3	5000	6.18	116	1750	2.0	4.09	2905
4	7000	7.94	89	2050	2.0	5.16	2914

(第1表のうち実験番号1は相対回折強度比(R)が1.73以下の比較例であり、実験番号2~4は本発明の繊維である。)

実施例2

繊維強度0.70のポリエチレン-2.6-ナフタレート系、孔径1.2mmの内層紡糸孔(断面積1.13mm²)を用いる紡糸口金を用い、繊維の紡糸速度で紡糸速度4000mm/minの速度で引取った。得られた繊維の特性を第2表に示す。

- 11 -

- 12 -

第 2 表

実験番号	引張り強度 ℃	相対回折強度比 R/40	繊維断面積 mm ²	ヤング率 g/mm ²	伸長率 %	R値	融点 ℃
5	580	5.83	90	1680	3.0	0.292	2741
6	510	6.16	152	1580	2.1	4.50	2842
7	520	6.48	171	1570	2.0	4.41	2855
8	525	紡糸速度に 依存不可能					

(第2表のうち実験番号8は比較例である)

次に、実験番号7の繊維を例4の条件で乾燥処理を行い、繊維の強度、伸長率及びヤング率の特性を測定したその結果を例3表に示す。

第 3 表

乾燥条件	強度 g/40mm	伸長率 %	ヤング率 g/mm ²	繊維断面積 mm ²
未乾燥	643	-	1570	-
150℃×60分	617	96	1480	942
250℃×60分	598	925	1570	100
280℃×60分	492	746	1480	942

繊維の第1~2表より、本発明の繊維は強度が高く伸長率が大きく且つヤング率も小さいこと

- 13 -

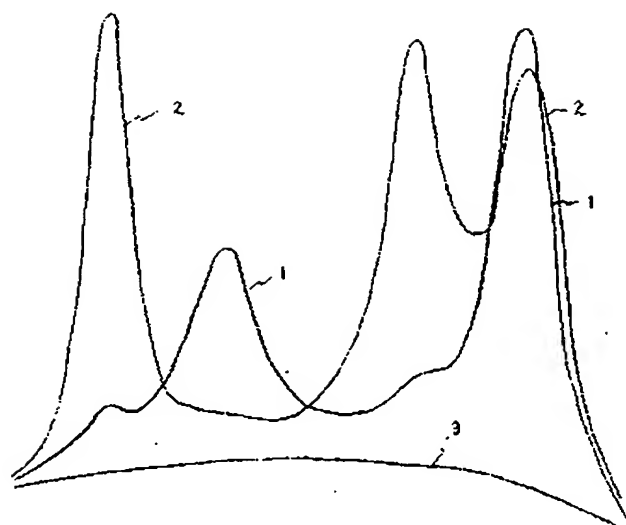
- 14 -

-102-

発明 昭48-64222 (9)

6 記載以外の発明者

イワタニカブラマ	フジ	ワタ	ヨシ	オ
山口県南陽市1丁目6の5	山	川	河	崎
オノノ	タ	カ	シ	ロ
山口県南陽市1丁目28番4-101	山	川	河	崎



手続補正書 (方式)

昭和47年4月6日

特許庁長官様

1 補正の表示

特許出 46-100854 号

2 発明の名称

耐熱性ポリエスチレン樹脂

3 補正をする者

事件との関係 特許出願人

大阪府北区梅田1番地

(300) 市入 株式会社

4 代理人

東京都千代田区千代田2丁目1番1号

(監理人)

市 人 株式会社 市内

(6572) 市 株式会社 市内

市 株式会社 市内

5 補正理由の日付 昭和47年5月28日

6 補正の対照

明細書の「発明の詳細な説明」の欄及び「出

願の要約」の欄

7 補正の内容

- 2 -

(1) 明細書第4頁第5行目の「発明者」とあるを「発明者」と訂正する。

(2) 同第4頁下から7行目の「ジエレン」とあるを「ジエチレン」と訂正する。

(3) 同第7頁第6行目の「0.44mm」とあるを「0.40mm」と訂正する。

(4) 同第7頁第8行目の「本発明の機軸は」とあるを「本発明の機軸の」と訂正する。

(5) 同第8頁第9行目の「Chemical Process Rec (1967)」とあるを「Chemical Process Rec 17/42 (1967)」と訂正する。

(6) 同第12頁第1段中の「排水設備」とあるを「排水設備」と訂正する。

(7) 同第12頁第3段第3行目の「418」とあるを「478」と訂正する。

(8) 同第12頁下から4行目の「115mm」とあるを「113mm」と訂正する。

(9) 同第14頁第3行と第4行との間に入れた文を挿入する。

- 1 -

-103-

- 2 -